

[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710056035.7

[43] 公开日 2008 年 2 月 6 日

[11] 公开号 CN 101117577A

[22] 申请日 2007.9.7

[74] 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务所  
代理人 赵炳仁

[21] 申请号 200710056035.7

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130033 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 张家骅 孙晓园 张 霞

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称

橙黄色长余辉荧光粉及其制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种橙黄色长余辉荧光粉及其制备方法，其化学结构式为  $\text{Sr}_{3-x-y}\text{SiO}_5 : \text{Eu}_x, \text{Dy}_y$ ，其中  $x, y$  为摩尔分数， $x, y$  的取值范围： $0 < x = 0.1, 0 = y = 0.1$ ，在  $200\text{nm} - 550\text{nm}$  波长光激发后发出橙黄色长余辉。按所需剂量比称取结构式中各元素的氧化物或相应的盐类，研细混匀后，在还原性气氛下进行培烧，培烧温度为  $1250^\circ\text{C} - 1400^\circ\text{C}$ 、培烧时间为 2 - 4 小时，培烧后产物经粉碎研磨后即为成品。经太阳光或紫外光照射几分钟，去掉激发源之后，暗室里人眼可以观察到 5 小时以上的橙色长余辉。其制备方法简单，无污染，原料成本低。

- 
1. 一种橙黄色长余辉荧光粉，其特征是所述荧光粉的化学结构式为  $\text{Sr}_{3-x-y}\text{SiO}_5\text{:Eu}_x\text{,Dy}_y$ ，其中 x、y 为摩尔分数，x、y 的取值范围：0<x=0.1, 0=y=0.1，在 200nm-550nm 波长光激发后发出橙黄色长余辉。
  2. 一种制备权利要求 1 所述的荧光粉的方法，其特征是按所需剂量比称取结构式中各元素的氧化物或相应的盐类，研磨混匀后，在还原性气氛下进行焙烧，焙烧温度为 1250°C-1400°C、焙烧时间为 2-4 小时，焙烧后产物经研磨后即为成品。
  3. 根据权利要求 2 所述的制备方法，其特征在于所述的结构式中元素的氧化物或相应的盐类为  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ 。
  4. 根据权利要求 2 所述的制备方法，其特征在于所述的还原性气氛为 CO 或氮氢混合气。

## 橙黄色长余辉荧光粉及其制备方法

### 技术领域

本发明涉及硅酸盐基荧光粉材料及其制备方法，特别是一种在从紫外到可见光激发下能发出橙黄色长余辉的荧光粉及其制备方法。

### 背景技术

常用的传统长余辉材料主要有硫化锌和硫化钙荧光体。近些年来，稀土激活的铝酸盐体系和硅酸盐体系成为长余辉材料的主体。铝酸盐体系和硅酸盐体系这两大类长余辉材料在发光亮度、余辉时间、化学稳定性方面都比传统的硫化物长余辉发光材料有所提高，但现有的商用长余辉发光材料的颜色一般为黄绿、蓝紫、蓝绿，长波发射的长余辉材料比较缺乏，难以满足需要。橙黄色长余辉材料有中国专利申请号为 02188548.4，名称为《橙黄色发射稀土长余辉磷光体》和中国专利申请号为 200410020722.X，名称为《橙黄色长余辉发光材料及生产方法》的专利申请技术。这两个专利申请文件所公开的橙黄色长余辉发光材料都是以  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{S}$  为基质。化学组成一种是  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{S}:\text{Tm}, \text{Mg}, \text{Ti}$ ，其中  $\text{Tm}^{3+}$  和  $\text{Mg}^{2+}$  的掺杂量为 0.02-0.08 摩尔分数， $\text{Ti}^{4+}$  离子为 0.01 摩尔分数。另一种是  $a\text{Y}_2\text{O}_3\text{S}: b\text{Ti}^{4+}, c\text{Mg}^{2+}$ ， $0.9=a=0.99$  摩尔分数， $0.01=b=0.1$  摩尔分数， $0.01=c=0.05$  摆尔分数，碳酸钠为助溶剂。制备过程中容易产生含硫的有害气体。

### 发明内容

本发明的目的是提供一种制备方法简单、无污染、成本低、在 200nm-550nm 波长光激发后能发出明亮的橙黄色长余辉的橙黄色长余辉荧光粉及其制备方法。

本发明提出的橙黄色长余辉荧光粉是一种由稀土元素铕掺杂的硅酸盐，其化学结构式为  $\text{Sr}_{3-x-y}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x,\text{Dy}_y$ ，其中  $x, y$  为摩尔分数， $x, y$  的取值范围： $0 < x = 0.1$ ,  $0 = y = 0.1$ ，在 200nm-550nm 波长光（即从紫外到可见光）激发后发出橙黄色长余辉。

本发明橙黄色长余辉荧光粉的制备方法如下：

- 1) 按化学计量比称取通式中元素的氧化物或相应的碳酸盐类，研磨混匀。
- 2) 将前面步骤得到的混合体，置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚中，放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内，在还原性气氛下条件下，加热 2-4 小时即得到该橙黄色长余辉荧光粉。
- 3) 将前面步骤得到的烧结产物经研磨后即得橙黄色长余辉荧光粉成品。

采用本发明方法合成的荧光粉可在 200nm-550nm 波长光激发下发出 500nm-700nm 波长橙黄色光，橙黄色宽带发射的峰值位于 570nm。经太阳光或紫外光照射几分钟，去掉激发源之后，暗室里人眼可以观察到 5 小时以上的橙色长余辉。其制备方法简单，无污染，原料成本低。

#### 附图说明

图 1 为实施例 2  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}$  荧光粉的发射光谱（460nm 激发，监测 570nm）。

图 2 为实施例 2  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}$  荧光粉的余辉衰减曲线（监测 570nm）。

#### 具体实施方式

##### 实施例 1

制备  $\text{Sr}_{3-x}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x$ ，其中  $x = 0.0075$  摩尔分数，具体表达式为： $\text{Sr}_{2.9925}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.075}$ 。按化学计量比称取 4.4178g  $\text{SrCO}_3$ ，0.6008g  $\text{SiO}_2$ ，0.0132g  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ，将称取的原料研磨混匀后，置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚，放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内，在 CO 或氮氢混合气体还原气氛条件下，培烧 2-4 小时后研磨，即得到橙黄色长余辉荧光粉  $\text{Sr}_{2.9925}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.075}$ 。

##### 实施例 2

制备  $\text{Sr}_{3-x}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x$ ，其中  $x=0.01$  摩尔分数，具体表达式为： $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}$ 。按化学计量比称取 4.4142g  $\text{SrCO}_3$ ，0.6008g  $\text{SiO}_2$ ，0.0176g  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ，将称取的原料充分研细混匀后，置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚，放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内，在 CO 或氮氢混合气体还原气氛条件下，培烧 2-4 小时后研磨，即得到橙黄色长余辉荧光粉  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}$ 。

图 1 所示为  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}$  荧光粉的发射光谱。图 2 所示为  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}$  荧光粉的

余辉衰减曲线。

### 实施例 3

制备  $\text{Sr}_{3-x}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x$ , 其中  $x=0.03$  摩尔分数, 具体表达式为:  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.03}$ 。按化学计量比称取 4.3846g  $\text{SrCO}_3$ , 0.6008g  $\text{SiO}_2$ , 0.0527g  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ , 将称取的原料充分研细混匀后, 置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚, 放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内, 在 CO 或氮氢混合气体还原气氛条件下, 培烧 2-4 小时后研磨, 即得到橙黄色长余辉荧光粉  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.03}$ 。

### 实施例 4

制备  $\text{Sr}_{3-x}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x$ , 其中  $x=0.07$  摩尔分数, 具体表达式为:  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.07}$ 。按化学计量比称取 4.3256g  $\text{SrCO}_3$ , 0.6008g  $\text{SiO}_2$ , 0.1232g  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ , 将称取的原料充分研磨混匀后, 置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚, 放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内, 在 CO 或氮氢混合气体还原气氛条件下, 培烧 2-4 小时后研磨, 即得到橙黄色长余辉荧光粉  $\text{Sr}_{2.99}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.07}$ 。

### 实施例 5

制备  $\text{Sr}_{3-x-y}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x,\text{Dy}_y$ , 其中  $x=0.01$  摩尔分数,  $y=0.03$  摩尔分数。具体表达式为:  $\text{Sr}_{2.96}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.03}$ 。按化学计量比称取 4.3697g  $\text{SrCO}_3$ , 0.6008g  $\text{SiO}_2$ , 0.0176g  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ , 0.0560g  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ , 将称取的原料充分研磨混匀后, 置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚, 放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内, 在 CO 或氮氢混合气体还原气氛条件下, 培烧 2-4 小时后研磨, 即得到橙黄色长余辉荧光粉  $\text{Sr}_{2.96}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.03}$ 。

### 实施例 6

制备  $\text{Sr}_{3-x-y}\text{SiO}_5:\text{Eu}_x,\text{Dy}_y$ , 其中  $x=0.1$  摩尔分数,  $y=0.1$  摩尔分数。具体表达式为:  $\text{Sr}_{2.8}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.1}, \text{Dy}_{0.1}$ 。按化学计量比称取 4.1337g  $\text{SrCO}_3$ , 0.6008g  $\text{SiO}_2$ , 0.1760g  $\text{Eu}_2\text{O}_3$ , 0.1865g  $\text{Dy}_2\text{O}_3$ , 将称取的原料充分研磨混匀后, 置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚, 放入高温炉中。在 1250°C-1400°C 温度内, 在 CO 或氮氢混合气体还原气氛条件下, 培烧 2-4 小时后研磨, 即得到橙黄色长余辉荧光粉  $\text{Sr}_{2.8}\text{SiO}_5:\text{Eu}_{0.1}, \text{Dy}_{0.1}$ 。

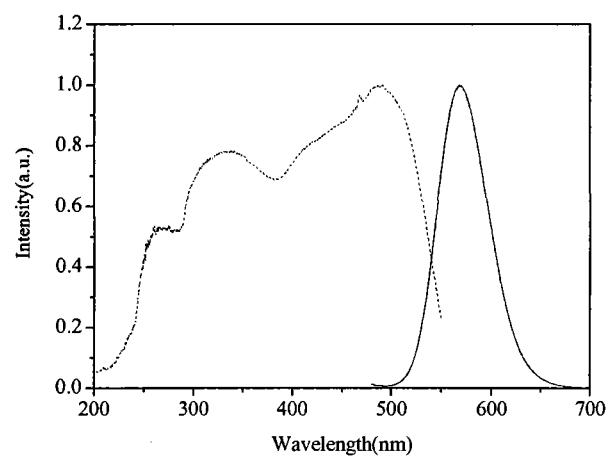


图 1

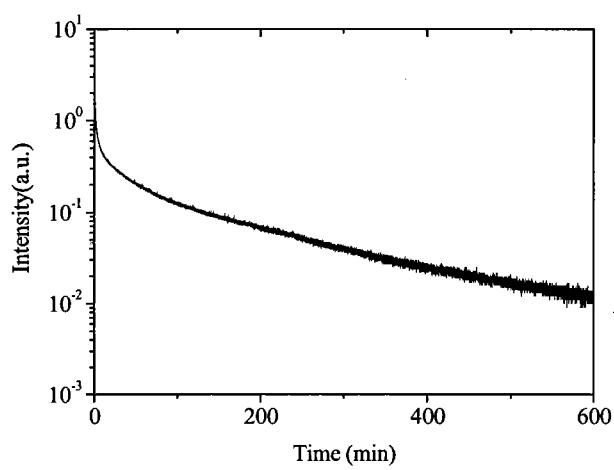


图 2